

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **03294864 A**(43) Date of publication of application: **26.12.91**(51) Int. Cl **G03G 9/08**(21) Application number: **02409677**(22) Date of filing: **11.12.90**(30) Priority: **16.01.90 JP 02 4614**(71) Applicant: **NIPPON ZEON CO LTD OKI  
ELECTRIC IND CO LTD**(72) Inventor: **MAKUTA YOSHIHIRO  
UENO MITSUHO  
ISOBE MINORU  
KIKUCHI KO  
ITO KATSUYUKI****(54) NON-MAGNETIC ONE COMPONENT DEVELOPER****(57) Abstract:**

**PURPOSE:** To obtain the non-magnetic one component developer which has sufficient electrostatic charging ability, flowability, and safety to the environments, has a high image density, a less fog, and a high level image quality by using inorganic fine powders having a grinding effect at the larger particle size and modified with a hydrophobic treatment by using silicone oil.

**CONSTITUTION:** A developing blade which controls the layer thickness of the developer is arranged to be in press-contact with a developing roller and the developer is applied uniformly on the surface of the development

roller while bringing the developing roller directly into contact with an electrostatic latent image on the photosensitive body, or facing each other without contacting. In the developer developed in such a manner, 100 wt. pts. colored fine particles incorporating a binding resin and a coloring agent is mixed with 0.3-10 wt. pts. of fine powders treated hydrophobically the inorganic fine powders of 0.1- $\mu$ m mean particle size and of 21 wt. pts. % of heating loss (at a drying condition of 150°C, 1 hr) with silicone oil. Thus non-magnetic one component developer with sufficient electrification and flowability, safety to the environments, high image density, lower fog, high level image quality is obtained.

COPYRIGHT: (C)1991,JPO&amp;Japio

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-294864

⑤ Int.Cl.<sup>5</sup>  
G 03 G 9/08

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成3年(1991)12月26日

7144-2H G 03 G 9/08 3 7 5

審査請求 未請求 請求項の数 5 (全19頁)

⑭ 発明の名称 非磁性一成分現像剤

⑮ 特 願 平2-409677

⑯ 出 願 平2(1990)12月11日

優先権主張 ⑰ 平2(1990)1月16日 ⑱ 日本(JP) ⑲ 特願 平2-4614

⑳ 発 明 者	幕 田 善 広	神奈川県川崎市川崎区夜光1-2-1 日本ゼオン株式会社研究開発センター内
㉑ 発 明 者	上 野 光 保	神奈川県川崎市川崎区夜光1-2-1 日本ゼオン株式会社研究開発センター内
㉒ 発 明 者	磯 部 稔	東京都港区虎ノ門1丁目7番12号 沖電気工業株式会社内
㉓ 発 明 者	菊 地 曠	東京都港区虎ノ門1丁目7番12号 沖電気工業株式会社内
㉔ 発 明 者	伊 藤 克 之	東京都港区虎ノ門1丁目7番12号 沖電気工業株式会社内
㉕ 出 願 人	日本ゼオン株式会社	東京都千代田区丸の内2丁目6番1号
㉖ 出 願 人	沖電気工業株式会社	東京都港区虎ノ門1丁目7番12号
㉗ 代 理 人	弁理士 西川 繁 明	

㉘ 【要約】

【目的】接触あるいは非接触現像方式に用いる、充分な帯電性と流動性、対環境安定性を有し、画像濃度が高く、カブリの少ない、画質レベルの高い、非磁性一成分現像剤をうる。

【構成】結着樹脂と着色剤とを含有する着色微粒子100重量部に対し、平均粒径が0.1~10 $\mu$ mで、加熱減量(150℃で1時間の乾燥条件)が1重量%以下の無機微粉体をシリコンオイルで疎水化処理した無機微粉体を0.3~10重量部混合してなる非磁性一成分現像剤。

【書類名】 明細書

【発明の名称】 非磁性一成分現像剤

【特許請求の範囲】

【請求項1】 現像剤の層厚を規制する現像ブレードを現像ロール表面に圧接するよう配置し、現像ロール表面に現像剤を均一に塗布し、感光体上の静電潜像に現像ロールを直接接触させ、あるいは非接触に対向させ、現像する方法で用いる現像剤であって、少なくとも結着樹脂と着色剤とを含有する着色微粒子100重量部に対し、平均粒径が0.1～10 $\mu$ mで、加熱減量(150℃で1時間の乾燥条件)が1重量%以下の無機微粉体(I)をシリコンオイルで疎水化処理した無機微粉体(II)を0.3～10重量部混合してなる非磁性一成分現像剤。

【請求項2】 無機微粉体(II)のブローオフ帯電量が-50～-150 $\mu$ c/gである請求項1記載の非磁性一成分現像剤。

【請求項3】 無機微粉体(II)の疎水化度が5～50である請求項1記載の非磁性一成分現像剤。

【請求項4】 現像後、感光体上の未転写現像剤を回収し、再び現像部に戻す、リサイクル方式で使用する請求項1記載の非磁性一成分現像剤。

【請求項5】 無機微粉体(I)が二酸化ケイ素、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウムおよびアルミナから選択される少なくとも1種である請求項1記載の非磁性一成分現像剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】

本発明は、現像剤に関し、さらに詳しくは、電子写真装置または静電記録装置によって感光体もしくは誘電体上に形成された静電潜像を可視化する非磁性一成分現像剤に関する。

【0002】

【従来の技術】

少なくとも結着樹脂と着色剤とを含む着色微粒子に、流動化剤として、さらに細かいコロイダルシリカ等を外添（着色微粒子と独立して加えること）したものを以下トナーというが、そのトナーとキャリアーからなる二成分現像剤は、画質の良いことから広範囲に用いられている。

#### 【0003】

しかしながら、その反面、以下に示すような二成分現像剤に共通する欠点がある。

すなわち、(1) トナーは、トナーとキャリアー間の相互摩擦により摩擦電荷を受け取るが、長期間にわたり使用していると、キャリアー表面がトナーによって汚染され、その結果、トナーが充分摩擦電荷を獲得できなくなる。

(2) トナーとキャリアーは、所定範囲の混合比に調整されていなければならないが、長期間にわたって使用していると、その混合比が変動して所定範囲から外れてしまう。

(3) キャリヤーとして、一般に、表面を酸化した鉄粉もしくはガラスビーズが汎用されているが、これらのキャリアーによって感光体の表面が機械的に損傷される。

#### 【0004】

そこで、近年、キャリアーを用いしないで、トナーの中に磁性粉を含有させた磁性一成分現像剤を用いた種々の現像法が提案されている（例えば、米国特許第3,909,258号、米国特許第4,121,931号）。

しかしながら、これら公知の方法にも次のような欠点がある。

すなわち、(1) 磁性一成分現像剤は、電気抵抗が小さい磁性粉を多量に含有しているので、静電潜像上の現像像を普通紙等の支持部材へ静電的に転写することが困難である。特に、多湿の雰囲気下では充分な転写性能が得られない。

(2) 黒色の磁性粉を多量に含有させるため、現像剤のカラー化が困難である。

(3) 磁性一成分現像剤は、磁性粉が多量に含有されているため、二成分現像剤に比較して定着力が低下する。その結果、定着器の温度や圧力を高くしなければならず、ランニングコストが高くなる欠点を有する。

## 【0005】

ところで、最近、磁性粉を含有せず、抵抗の大きい一成分現像剤を用いた現像法が注目を集めている。それらの現像法としては、例えば、米国特許第2,895,847号、米国特許第3,152,012号、特公昭41-9475号、特公昭45-2877号、特公昭54-3624号等に記載されているタッチダウンまたはインプレッション現像に基づくものが挙げられる。これらの方法では、従来二成分現像剤に用いられていた現像剤の内、キャリアを除いたトナーを非磁性一成分現像剤として利用している。

しかしながら、この場合にも、以下に述べるように、非磁性一成分現像剤に関連する種々の問題の発生が避けられない。

## 【0006】

第一の問題点は、感光体等に対する現像剤の付着現象である。これまでの二成分現像剤では、トナーの他に多量の鉄粉やガラスビーズなどのキャリアが混合されているため、現像ローラや現像ブレード、感光体上に一時的にトナーの付着があっても、キャリアによって研磨され問題とはならなかった。

## 【0007】

しかしながら、従来の非磁性一成分現像剤には、通常、流動化剤として、粒径が10~20 $\mu$ mの小さなコロイダルシリカしかトナーに外添されていなかったもので研磨効果が少なく、長期間使用すると、現像ロールや現像ブレード、感光体上にトナーが付着して、現像剤のフィルムが形成されることが多かった。

このような現像剤のフィルムが形成されると、帯電させるべき現像剤と現像ロールあるいは現像ブレードとが十分に接触できなくなり、現像剤の帯電不足が起き、画像の画質が低下する。また、現像剤が感光体に付着すると、黒い汚れとなって画像に現れ、問題となっていた。

## 【0008】

こうしたことから、最近では、粒径が0.1~10 $\mu$ m（あるいは比表面積0.2~30 $m^2/g$ ）と大きな無機微粉体を外添することにより、研磨効果を向上させることが提案されている（例えば、特開昭60-32060号、同60-136752号、同61-183664号、同64-88554号等）。

しかしながら、特開昭60-136752号、同61-183664号等で使われている微粉末だけでは流動性が充分でなく、特開昭60-32060号、同64-88554号等のように、従来のコロイダルシリカ等の流動化剤の併用が不可欠となっており、その結果、次の問題が避けられない。

## 【0009】

第二の問題点は、現像剤のリサイクル方式での使用ができないことである。

すなわち、感光体表面の静電潜像を現像した後、現像剤の像は、紙等の支持部材に転写されるが、現像された感光体上の現像剤の全てが転写されずに、通常、20～40重量%の現像剤が感光体上に残存する。従来の非磁性一成分現像剤を使用する複写機あるいはプリンターにおいては、感光体上に残った未転写現像剤は、クリーニングブレード等のかきとられ、そして集められて、廃現像剤容器に捨てられていた。

その理由は、現像剤をリサイクル方式で使用する、現像剤が繰り返し画像形成プロセスを通過するため、頻繁に機械的外力を受け、現像剤粒子表面に存在すべき流動化剤（コロイダルシリカ）が現像剤粒子中に埋め込められたり、脱落したりするためである。

## 【0010】

その結果、初期の流動性は優れているものの、長期にリサイクル方式で使用する、現像剤の流動性が低下し、現像ロール上に現像剤を一定の厚みで塗布することができなくなって、画質が不均一となる。また、帯電量が変化し、カブリも発生してくる。

また、感光体上の未転写現像剤をスクリー等で搬送し、リサイクル方式で使用する、現像剤が圧縮されて詰まったり、各部分に付着したり、凝集したりして、長期間の連続運転は困難であった。

本来、現像剤をリサイクル使用することは、これまで廃棄していた20～40重量%分の現像剤が再使用でき、しかも廃現像剤容器が不要になることから、経済的であり、複写機、プリンター等装置の小型化のためにも望ましいことである。

## 【0011】

## 【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、前記従来技術の有する問題点を克服し、接触あるいは非接触現像方式において用いる現像剤として、十分な帯電性と流動性、対環境安定性を有し、画像濃度が高く、カブリの少ない、画質レベルの高い非磁性一成分現像剤を提供することにある。

また、本発明の目的は、長期間使用した場合においても、現像ロールや現像ブレード等あるいは感光体に現像剤の付着によるフィルムの形成がなく、画質の低下のない非磁性一成分現像剤を提供することにある。

本発明の他の目的は、現像剤をリサイクル方式で使用しても、流動性の低下がなく、画質の変化しない非磁性一成分現像剤を提供することにある。

## 【0012】

本発明者らは、前記従来技術の有する問題点を克服するために鋭意研究した結果、大粒径で研磨効果を有する無機微粉体であって、シリコンオイルで疎水化処理して改質したものをを用いることにより、従来用いられてきたコロイダルシリカのように小粒径の流動化剤を使用しなくても、現像剤の流動性を高くすることができ、前記目的を達成できることを見出した。

本発明は、これらの知見に基づいて完成するに至ったものである。

## 【0013】

## 【課題を解決するための手段】

かくして、本発明によれば、現像剤の層厚を規制する現像ブレードを現像ロール表面に圧接するよう配置し、現像ロール表面に現像剤を均一に塗布し、感光体上の静電潜像に現像ロールを直接接触させ、あるいは非接触に対向させ、現像する方法で用いる現像剤であって、少なくとも結着樹脂と着色剤とを含有する着色微粒子100重量部に対し、平均粒径が0.1～10 $\mu$ mで、加熱減量(150℃で1時間の乾燥条件)が1重量%以下の無機微粉体(I)をシリコンオイルで疎水化処理した無機微粉体(II)を0.3～10重量部混合してなる非磁性一成分現像剤が提供される。

## 【0014】

無機微粉体(II)のブローオフ帯電量は-50～-150 $\mu$ c/g、疎水化



度は5～50が好ましい。

#### 【0015】

複写機やプリンター等に使用される装置は、種々の方式で使えるが、現像後、感光体上に残存する未転写の現像剤をクリーニングブレード等でクリーニングして回収し、再び現像部（現像剤容器など）に戻す、リサイクル方式で用いるのが好ましい。

#### 【0016】

無機微粉体（I）としては、種々のものを使用できるが、中でも、特に、二酸化ケイ素、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウムまたはアルミナが好ましい。

#### 【0017】

以下、本発明について詳述する。

（無機微粉体）

本発明で使用する無機微粉体は、粒径が0.1～10 $\mu$ m、好ましくは0.3～5 $\mu$ m範囲のものである。

0.1 $\mu$ mより小さいと研磨効果が少くなり、10 $\mu$ mより大きいと感光体等に傷を付けたり、流動性が低下するため、画質が低下する。

また、疎水化处理した無機微粉体の使用割合は、結着樹脂と着色剤とを含有する着色微粒子100重量部に対し、0.3～10重量部、好ましくは0.5～5.0重量部の範囲である。この割合が0.3重量部より少ないと、研磨効果が少なくなり、10重量部より多くなると流動性が低下し、画質が低下する。

本発明で使用する無機微粉体の材質は、二酸化ケイ素、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、アルミナが研磨効果から好ましい。

#### 【0018】

本発明で使用する無機微粉体は、150℃で1時間の乾燥条件での加熱減量が1重量%以下、好ましくは0.5重量%以下のものである。加熱減量が1重量%より大きいと、その後の疎水化处理が旨く行かず、流動性が高くない。

したがって、疎水化处理前の無機微粉体の加熱減量（150℃で1時間の乾燥条件）が高い場合は、予め熱処理等を行なって1重量%以下にすることが重要で

ある。

#### 【0019】

(疎水化处理)

本発明では、無機微粉体をシリコンオイルで疎水化处理したものを使用する。

シリコンオイルは、そのまま、あるいは有機溶媒で希釈して用いる。シリコンオイルの使用量は、通常、無機微粉体100重量部に対して、0.1～10重量部程度である。

#### 【0020】

疎水化处理は、無機微粉体にシリコンオイルをそのまま、あるいは有機溶媒で希釈した液で添加し、ヘンシェル・ミキサー等の混合機を用いて混合した後、溶媒を用いた場合は風乾で溶媒を除去し、その後、加熱あるいは硬化触媒を用い、室温から300℃までの温度条件で、数分から数日間かけて、シリコンオイルを硬化あるいは湿潤させることにより行なう。

#### 【0021】

シリコンオイルとしては、例えば、ジメチルシリコンオイル、メチルフェニルシリコンオイル、メチルヒドロジェンシリコンオイル、シラノール変性シリコンオイル、アルキル変性シリコンオイル、アミノ変性シリコンオイル、エポキシ変性シリコンオイル、フロロシリコンオイル、シリコンポリエーテル共重合体など各種のものを挙げることができるが、特に、その中でも、処理の容易さや撥水性能等から見て、ジメチルシリコンオイル、メチルヒドロジェンシリコンオイル、シラノール変性シリコンオイルが好ましい。

#### 【0022】

ジメチルシリコンオイルは、粘度が10～2,000c sの範囲のもので、そのまま用いるか、あるいは有機溶媒で希釈して用いる。無機微粉体100重量部に対して、ジメチルシリコンオイルを0.1～10重量部の割合で添加し、ヘンシェル・ミキサー等で混合する。その後、有機溶媒を使用した場合は風乾して有機溶媒を除去し、100～300℃で、10分から10時間硬化あるいは湿潤させ、疎水化处理する。

## 【0023】

メチルハイドロジェンシリコンオイルは、そのまま用いるか、あるいは有機溶媒で希釈して用いる。無機微粉体100重量部に対して、メチルハイドロジェンシリコンオイルを0.1～10重量部の割合で添加し、ヘンシェル・ミキサーで混合し、有機溶媒を使用した時は風乾して有機溶媒を除去し、100～200℃で、0.5～5時間熱処理して硬化あるいは湿潤させる。また、オクチル酸亜鉛、オクチル酸錫、ジブチル錫ジラウレート等の触媒をメチルハイドロジェンシリコンオイル100重量部に対して、0.1～5重量部添加し、有機溶媒を使用した時は風乾して溶媒を除去し、室温から200℃で、0.5から24時間かけ、疎水化処理する。

## 【0024】

シラノール変性シリコンオイルは、メチルハイドロジェンシリコンオイルやアルコキシ変性シリコンオイルを架橋剤として2～10重量部と、触媒として、オクチル酸亜鉛、オクチル酸錫、またはジブチル錫ジラウレート0.5～5重量部を、シラノール変性シリコンオイル100重量部と混合し、これを有機溶媒で希釈する。この溶液を無機微粉体100重量部に、シラノール変性シリコンオイルが0.5～2重量部となるように混合する。これを風乾後、室温から200℃で、0.5～24時間かけて硬化あるいは湿潤させる。

## 【0025】

本発明の疎水化処理が終了した無機微粉体のブローオフ帯電量は、 $-50 \sim -150 \mu\text{c/g}$ の範囲に入っていることが好ましい。ブローオフ帯電量が $-50 \mu\text{c/g}$ より大きいと帯電量が不十分で、画像濃度が低くなり、 $-150 \mu\text{c/g}$ より小さくなると、カブリが多くなる。

## 【0026】

また、疎水化処理が終了した無機微粉体の疎水化度（メタノールウオッタビリティ法）は、5～50のものが好ましい。疎水化度が5未満になると流動性の低下と、高湿下での画像濃度の低下やカブリが発生する。一方、50を越えると研磨効果が少なくなり、耐久試験で画像濃度の低下やカブリ、現像剤の感光体上の付着による汚れの発生が起きてくる。

## 【0027】

(結着樹脂、着色剤など)

本発明で用いる現像剤の結着樹脂（バインダー樹脂）としては、従来から電子写真用あるいはプリンター用現像剤に広く用いられている樹脂類、例えば、ポリスチレン、ポリp-クロルスチレン、ポリビニルトルエン等のスチレンおよびその置換体の重合体；スチレン-p-クロルスチレン共重合体、スチレン-プロピレン共重合体、スチレン-ビニルトルエン共重合体、スチレン-ビニルナフタリン共重合体、スチレン-アクリル酸メチル共重合体、スチレン-アクリル酸エチル共重合体、スチレン-アクリル酸ブチル共重合体、スチレン-アクリル酸オクチル共重合体、スチレン-メタクリル酸メチル共重合体、スチレン-メタクリル酸エチル共重合体、スチレン-メタクリル酸ブチル共重合体、スチレン- $\alpha$ -クロルメタクリル酸メチル共重合体、スチレン-アクリロニトリル共重合体、スチレン-ビニルメチルエーテル共重合体、スチレン-ビニルエチルエーテル共重合体、スチレン-ビニルメチルケトン共重合体、スチレン-ブタジエン共重合体、スチレン-イソブレン共重合体、スチレン-アクリロニトリル-インデン共重合体、スチレン-マレイン酸共重合体、スチレン-マレイン酸エステル共重合体等のスチレン共重合体；ポリメチルメタクリレート、ポリ塩化ビニル、ポリ酢酸ビニル、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエステル、ポリウレタン、ポリアミド、エポキシ樹脂、ポリビニルブチラール、ポリアクリル酸樹脂、ロジン、変性ロジン、テルペン樹脂、フェノール樹脂、脂肪族または脂環族炭化水素樹脂、芳香族系石油樹脂、塩素化パラフィン、パラフィンワックス等が単独あるいは混合して使用できる。

## 【0028】

現像剤に用いられる帯電制御剤としては、例えば、酸化アンブ、含金属染料、サリチル酸金属錯体、ニグロシン染料、トリフェニルメタン系染料、ローダミン系染料、フタロシアニン系染料等従来公知のものが使用できる。

現像剤に用いられる着色剤としては、従来知られているカーボンブラック、染料、顔料等色材が使用できる。

## 【0029】

(未転写現像剤のリサイクル式使用)

複写機あるいはプリンター等に使用される装置で、現像後、感光体上に残存する未転写の現像剤は、クリーニングブレード等でクリーニングして回収し、スクリュウ等で元の現像剤容器（現像部）に搬送し、再使用するリサイクル方式で用いるのが好ましい。

【0030】

(現像方法)

本発明の非磁性一成分現像剤は、現像剤の層厚を規制する現像ブレードを現像ロール表面に圧接するよう配置し、現像ロール表面に現像剤を均一に塗布し、感光体上の静電潜像に現像ロールを直接接触させ、あるいは非接触に対向させ、現像する方法で用いる現像剤である。

【0031】

本発明の現像剤が用いられる現像装置および現像方法について図1を参照しながら説明する。図1に示すように、現像剤容器5に入った現像剤4は、攪拌棒6で現像ロール2と現像ブレード3の間に移動させ、強制的に現像剤を薄層化し、かつ、帯電させる。

感光体1は、予めチャージャ線9で帯電させ、そこに光信号や光画像10を照射し、静電潜像を形成させ、そこに現像ロール2上の現像剤を接触させて、現像させる。次に、転写チャージャ線11を用いて、現像された感光体上の現像剤を紙などの支持部材13に転写し、それを加熱ロール12に通し、定着させる。

【0032】

この時、感光体上の未転写現像剤はクリーニングブレード7でかきとられ、スクリュウ8で現像剤容器5に戻され、リサイクル使用されるようになっている。

【0033】

【実施例】

以下、実施例および比較例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明は、これらの実施例のみに限定されるものではない。

なお、物性の評価は次の方法で行なった。

【0034】

### ＜流動性＞

現像剤の流動性は、ホソカワミクロン（株）社製のパウダーテスター装置を使用して測定し、評価した。すなわち、現像剤を一定量秤量し、60メッシュの篩に乗せ、一定の振幅で、一定の時間振動させ、通過するトナー量を1分間当たりの重量に換算し、表示する。

【0035】

### ＜ブローオフ帯電量＞

パウダーテック（株）社製キャリアTEFV150/250 59.7gと、疎水化処理した無機微粉体0.3gを秤量し、SUS製ポットに入れ、30分間回転させ、東芝ケミカル社製ブローオフメーターで、窒素ガス $1\text{ kg/cm}^2$ の圧力でブローオフし、帯電量を測定した。

【0036】

### ＜疎水化度＞

100mlのビーカーにスターラーの攪拌子を入れ、そこに50mlの蒸留水を入れる。その上に、測定する無機微粉体を0.2g秤量し、静かに水面に浮かべる。そのビーカーをスターラーの上に載せ、攪拌子を動かして静かに攪拌する。

ビューレットにメタノールを入れ、ビューレットの先端がビーカーの水面下になるよう沈め、メタノールを滴下する。水面上の無機微粉体が沈み始めた時のメタノール滴下量を読み取り、ビーカー内のメタノール体積%を算出し、これを疎水化度とする。

【0037】

### ＜画像特性＞

耐久試験として、第1図に示す現像装置で、20,000枚複写し、画像濃度、カブリの有無、感光体上に現像剤によるフィルム付着の有無等を目視で観察して評価した。

画像濃度（ID）の評価は、マクベス反射濃度計を用い、黒べた部を測定した。

なお、現像剤は、リサイクル方式で使用した。環境試験は、 $30^{\circ}\text{C} \times 80\% \text{ R}$

Hの高温高湿と、10℃×20%RHの低温低湿の環境下で、複写し、同様に画像を評価した。

画像特性は、次の3段階で評価した。

○：安定した良好な画像。

△：画像濃度がやや低い、またはカブリの発生が少し見られるなどの場合。

×：画像濃度が低い、カブリが発生、画像にムラが生じる、またはフィルムが付着するなどの場合。

#### 【0038】

##### [実施例1]

結着樹脂としてスチレン-ブチルアクリレート共重合体100重量部、着色剤としてカーボンブラック8重量部、低分子量ポリプロピレン4重量部、含金染料2重量部をヘンシェル・ミキサーで混合した後、150℃の混練ロールで均一に混練し、次いで、冷却し、粗砕機で粉碎後、エアージェット粉碎機で5ないし20μmに粉碎し、分級機で粒径を12μmに揃え、着色微粒子を調製した。

#### 【0039】

疎水化処理無機微粉体は、二酸化ケイ素100重量部に、ジメチルシリコーンオイルを1重量部添加し、ヘンシェル・ミキサーで混合した後、250℃で2時間硬化あるいは湿潤させ、疎水化処理を行なうことにより調製した。

#### 【0040】

この疎水化処理無機微粉体2重量部を、前記着色微粒子100重量部に対して添加し、ヘンシェル・ミキサーで混合して、非磁性一成分現像剤を得た。

使用した二酸化ケイ素の粒径は2.5μm、加熱減量(150℃、1時間)は0.3重量%であった。

#### 【0041】

得られた現像剤の流動性は65と高く、十分な流動性を有するものであった。また、耐久試験として、図1に示す現像装置で、20,000枚複写したが、初期から、画像は安定しており、20,000枚複写しても画質の変化は見られなかった。

さらに、10℃で20%RHの低湿でも、あるいは30℃で80%RHの高湿

でも、画像濃度の変化は少なく、良好であった。

#### 【0042】

##### [比較例1]

実施例1において使用した同じ二酸化ケイ素を高湿下に放置し、加熱減量（150℃、1時間）を測定したところ、1.6重量%であった。この無機微粉体を用いて、実施例1と同様にして非磁性一成分現像剤を得た。

得られた現像剤の流動性は25と低く、十分な流動性を示さなかった。また、耐久性試験を行なったが、初期から画像濃度が低く、カブリも見られた。20,000枚複写すると、画像にムラが見られ、使用に耐え難い結果であった。

#### 【0043】

##### [実施例2～3]

実施例1において、表1に示すように、シリコンオイルの種類を変えて無機微粉体の疎水化処理を行なった以外は、実施例1とほぼ同様にして現像剤を得、同様に評価した。

実施例2では、メチルヒドロジェンシリコンオイルを、実施例3では、同じメチルヒドロジェンシリコンオイル5重量部とシラノール変性シリコンオイル100重量部とジブチル錫ジラウレート1.0重量部の混合物を、それぞれ使用した。

この結果、実施例1と同様に、高い流動性と安定した良好な画像が得られた。

結果を表1に示す。

#### 【0044】

##### [比較例2]

無機微粉体として、粒径が0.016 $\mu$ mと小さい二酸化ケイ素を用い、実施例1と同様にして非磁性一成分現像剤を得た。

得られた現像剤の流動性は75と高く、十分な流動性を示していた。耐久性試験は、初期は問題なかったが、複写枚数が増えると、画像に黒い筋が見えるようになった。感光体上を調べてみると、現像剤の付着によるフィルムが見られた。

結果を表1に示す。

#### 【0045】



## 〔比較例3〕

無機微粉体として、粒径が $15\mu\text{m}$ と大きい二酸化ケイ素を用い、実施例1と同様にして非磁性一成分現像剤を得た。

得られた現像剤の流動性は20と低く、十分な流動性を示さなかった。耐久性試験は、初期から画像濃度が低く、カブリも見られ、20,000枚複写すると、画像にムラが見られ、使用に耐え難い結果であった。

結果を表1に示す。

## 〔実施例4～5〕

無機微粉体として、表1に示すように、実施例4では、ケイ酸アルミニウムを、実施例5では、ケイ酸マグネシウムを用い、シリコンオイルは、メチルハイドロジェンシリコンオイルを用い、それ以外は実施例1と同様にして現像剤を得、同様に評価した。

得られた現像剤の流動性は高く、安定した良好な画像が得られた。なお、実施例4においては、少しカブリが生じたが、実用上問題のない程度のものであった。

結果を表1に示す。

## 【0046】

## 〔比較例4〕

実施例1で得られた疎水化处理無機微粉体の使用量を0.1重量部にした以外は、実施例1と同様にして現像剤を得、評価したところ、得られた現像剤は、画像濃度が低く、複写枚数が増えると、カブリや黒い筋の発生が見られ、よく調べると感光体に現像剤フィルムが形成されていた。

結果を表1に示す。

## 【0047】

## 〔比較例5〕

実施例1で得られた疎水化处理無機微粉体の使用量を15重量部にした以外は、実施例1と同様にして現像剤を得、評価したところ、得られた現像剤の流動性が低く、画像濃度も低かった。複写枚数が増えると、カブリや画像のムラが見られ、使用に耐え難い結果であった。

結果を表1に示す。

【0048】

〔比較例6〕

実施例1において実施した疎水化処理を行わず、そのままの無機微粉体を用い、実施例1と同様にして現像剤を得、同様に評価した。

得られた現像剤の流動性は23と低く、耐久性試験では、初期から画像濃度が低く、カブリも多く見られた。複写枚数が増えると、カブリや画像のムラが酷くなって、使用に耐え難い結果であった。

また、高温高湿でも初期から、さらに画像濃度が低く、カブリも酷くなった。

結果を表1に示す。

【0049】

【表1】

無機微粉体	実施例1		実施例2		実施例3		実施例4		実施例5		比較例1		比較例2		比較例3		比較例4		比較例5		比較例6	
	種類	二酸化ケイ素	二酸化ケイ素	二酸化ケイ素	二酸化ケイ素	ケイ酸アルミニウム	ケイ酸マグネシウム	二酸化ケイ素	二酸化ケイ素	二酸化ケイ素	二酸化ケイ素	二酸化ケイ素	二酸化ケイ素	二酸化ケイ素	二酸化ケイ素	二酸化ケイ素	二酸化ケイ素	二酸化ケイ素	二酸化ケイ素	二酸化ケイ素	二酸化ケイ素	二酸化ケイ素
無機微粉体(I)	粒径(μm)	2.5	2.5	2.5	2.5	1.4	3.6	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	0.016	15	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
	加熱減量(%)	0.3	0.3	0.3	0.3	0.5	0.6	0.3	0.3	0.3	1.6	0.4	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
シリコンオイル	種類	ジメチルシリコーンオイル	メチルハイドロジェンシリコーンオイル	メチルハイドロジェンシリコーンオイル	メチルハイドロジェンシリコーンオイル	メチルハイドロジェンシリコーンオイル	メチルハイドロジェンシリコーンオイル	メチルハイドロジェンシリコーンオイル	メチルハイドロジェンシリコーンオイル	メチルハイドロジェンシリコーンオイル	ジメチルシリコーンオイル	ジメチルシリコーンオイル	ジメチルシリコーンオイル	ジメチルシリコーンオイル	ジメチルシリコーンオイル	ジメチルシリコーンオイル	ジメチルシリコーンオイル	ジメチルシリコーンオイル	ジメチルシリコーンオイル	ジメチルシリコーンオイル	ジメチルシリコーンオイル	ジメチルシリコーンオイル
	使用量(重量部)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
疎水化処理後	疎水化度	35	35	35	35	35	40	30	35	35	25	50	60	35	35	35	35	35	35	35	35	35
	フローオフ帯電電量(μC/g)	-105	-125	-135	-135	-130	-100	-135	-130	-130	-85	-180	-30	-105	-105	-105	-105	-105	-105	-105	-105	-105
無機微粉体(II)の使用量(重量部)		2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	0.5	2	0.1	15	2	2	2	2	2	2
	流動性(g/min)	65	60	65	65	65	55	65	65	65	25	75	20	70	70	70	70	70	70	70	70	70
画像特性	画像濃度	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○	×	○	○	×	×	×	×	×	×	×
	カブリ	○	○	○	○	△	○	○	○	○	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
	耐久性	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
	環境性	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○	○	×	×	×	×	×	×	×	×	×

## 【0050】

## 【発明の効果】

本発明によれば、接触あるいは非接触現像方式において用いる現像剤として、十分な帯電性と流動性、対環境安定性を有し、画像濃度が高く、カブリの少ない、画質レベルの高い非磁性一成分現像剤が提供される。

本発明の非磁性一成分現像剤は、長期間使用した場合においても、現像ロールや現像ブレード、感光体に現像剤の付着によるフィルムの形成がなく、また、リサイクル方式で使用しても、画質が変化しない優れた諸特性を有するものである。

## 【図面の簡単な説明】

## 【図1】

非磁性一成分現像剤を適用する現像装置および現像方法の一実施態様を示す断面略図である。

## 【符号の説明】

- 1 感光体
- 2 現像ロール
- 3 現像ブレード
- 4 現像剤
- 5 現像剤容器
- 6 攪拌棒
- 7 クリーニングブレード
- 8 リサイクルスクリュウ
- 9 チャージャ線
- 10 光信号、光画像
- 11 転写チャージャ線
- 12 定着ロール
- 13 紙等の現像剤支持部材

【書類名】 図面

【図1】

